

RÉPUBLIQUE FRANÇAISE

INSTITUT NATIONAL
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE

PARIS

(11) N° de publication :
(A n'utiliser que pour les
commandes de reproduction).

2 487 863

A1

**DEMANDE
DE BREVET D'INVENTION**

(21)

N° 80 17122

(54) Dispositif pour la croissance des monocristaux à partir d'alliages à constituants multiples.

(51) Classification internationale (Int. CL³). C 30 B 13/08.

(22) Date de dépôt..... 1^{er} août 1980.

(33) (32) (31) Priorité revendiquée :

(41) Date de la mise à la disposition du
public de la demande B.O.P.I. — « Listes » n° 5 du 5-2-1982.

(71) Déposant : SKLYAROV Alexei Eliseevich, VOLCHKOV Vadim Vasilievich, VLASOV Vladimir
Grigorievich et GRIDNEV Alexandre Ivanovich, résidant en URSS.

(72) Invention de : Alexei Eliseevich Sklyarov, Vadim Vasilievich Volchkov, Vladimir Grigorivich
Vlasov et Alexandre Ivanovich Gridnev, résidant en URSS.

(73) Titulaire : *Idem* (71)

(74) Mandataire : Cabinet Plasseraud,
84, rue d'Amsterdam, 75009 Paris.

D Vente des fascicules à l'IMPRIMERIE NATIONALE, 27, rue de la Convention — 75732 PARIS CEDEX 15

**DISPOSITIF POUR LA CROISSANCE DES MONOCRISTAUX
A PARTIR D'ALLIAGES A CONSTITUANTS MULTIPLES**

L'invention concerne la croissance des monocristaux et se rapporte plus précisément à des dispositifs destinés à la croissance de monocristaux servant à la fabrication des aimants permanents à partir d'alliages à constituants multiples.

On connaît un dispositif destiné à la croissance des monocristaux à partir d'alliages à constituants multiples comprenant un conteneur tubulaire installé verticalement par sa face terminale ouverte à la surface d'un réfrigérant et dans lequel un réchauffeur mobile est disposé de manière coaxiale par rapport audit conteneur.

On fait croître les monocristaux dans ce dispositif par cristallisation verticale orientée à partir du bain de fusion. A cet effet, on place au fond du conteneur, jusqu'à son entrée en contact avec la surface du réfrigérant, une amorce dont le diamètre est égal au diamètre intérieur du conteneur et ensuite un lingot de l'alliage à constituants multiples à cristalliser ; puis on met en circuit le réchauffeur pour la formation d'un bain de fusion et la création d'un gradient de température élevé indispensable à la formation d'un monocrystal.

Toutefois, lorsqu'on utilise ce dispositif, on éprouve des difficultés pour obtenir des valeurs suffisamment élevées du gradient de température. En effet, le contact entre le bout de l'amorce et la surface du réfrigérant n'étant pas idéal, les susdites surfaces présentent toujours des aspérités qui conduisent à la formation entre elles d'une couche intermédiaire s'opposant à des échanges efficaces de chaleur.

Une élévation de la température du réchauffeur conduit à des brûlures du conteneur ainsi qu'à des consommations additionnelles d'énergie.

.../...

En outre, la fixation d'un conteneur caractérisé par une valeur élevée du rapport de sa hauteur à son diamètre, sur la surface du réfrigérant, en présence d'un réchauffeur coaxial mobile avec le conteneur constitue 5 un problème technique assez compliqué.

L'invention a pour but une réalisation simple et sûre d'un dispositif destiné à la croissance des monocristaux à partir d'alliages à constituants multiples qui permette d'organiser des échanges de chaleur intenses 10 entre le réfrigérant et le conteneur abritant l'amorce, et ce pour l'obtention de valeurs élevées du gradient de température indispensables à la formation des monocristaux.

Selon l'invention, le dispositif pour la croissance de monocristaux, à partir d'alliages à constituants multiples, comprenant d'une part, un conteneur destiné à abriter une amorce et l'alliage à cristalliser, ce conteneur étant installé de manière que sa face terminale ouverte soit disposée à la surface du réfrigérant et 15 d'autre part, un réchauffeur disposé coaxialement par rapport au conteneur, et il est caractérisé en ce que, à la surface du réfrigérant, est ménagé un évidement de cotes substantiellement égales à celles de la face terminale du conteneur et en ce que le conteneur est disposé 20 dans cet évidement, alors qu'entre la face terminale du conteneur et le fond de l'évidement est disposée une lame en matière d'une conductibilité calorifique plus élevée 25 et d'un point de fusion inférieur à celui de l'alliage à cristalliser.

Pour ménager le jeu garanti entre la lame et la 30 surface du réfrigérant, il est avantageux de pratiquer au fond de l'évidement des saillies dont la hauteur soit inférieure à l'épaisseur de la lame.

.../..

Le dispositif pour la croissance des monocristaux à partir d'alliages à constituants multiples, réalisé suivant la présente invention, permet d'obtenir des gradients de température élevés (au moins égaux à 200°/cm) suivant toute la hauteur du conteneur, et il assure une fixation fiable du conteneur à la surface du réfrigérant sans mise en oeuvre de dispositifs de fixation extérieurs ; de plus, il est simple au point de vue construction.

Dans ce qui suit, l'invention sera illustrée par 10 la description d'une version concrète de sa réalisation et des dessins annexés dans lesquels :

La figure 1 représente schématiquement un dispositif pour la croissance des monocristaux à partir d'alliages à constituants multiples avant le début du travail, 15 vu en coupe longitudinale.

La figure 2 représente schématiquement le dispositif pour la croissance des monocristaux de la figure 1 après fusion superficielle de l'amorce et l'entrée en fusion de la lame.

Le dispositif comporte un conteneur tubulaire 1 (figure 1) en matière réfractaire installé de manière que sa face terminale ouverte (2) soit montée dans un évidement (3) ménagé à la surface du réfrigérant refroidi à l'eau (4). Le diamètre intérieur de l'évidement (3) est égal au 25 diamètre extérieur du conteneur (1) ou lui est légèrement supérieur.

Entre la face terminale du conteneur (1) et la surface du réfrigérant (4), dans l'évidement (3), est placée une lame (5) réalisée en une matière d'une meilleure conductibilité calorifique et d'un point de fusion inférieur à celui de l'alliage à cristalliser. Au fond de 30 l'évidement (3) sont ménagées des saillies (6) dont la hauteur est inférieure à l'épaisseur de la lame (5). Le réchauffeur (7) est monté coaxialement par rapport au conteneur (1) avec possibilité d'effectuer des mouvements 35 de va-et-vient le long des parois du conteneur (1).

.../..

Le dispositif fonctionne de la manière suivante.

On place une amorce monocristalline (8) d'un diamètre égal au diamètre intérieur du conteneur tubulaire (1) dans le conteneur (1) de manière que sa face terminale soit adjacente à la lame (5). En outre, on place dans le conteneur (1) une ébauche d'alliage polycristallin à cristalliser, notamment d'un alliage, Co 34,5 %, Ni 14,9 %, Al 7,6 %, Cu 3,6 %, Ti 5,1 %, Nb 1 %, le complément à 100 étant du fer et dont le point de fusion est de 1360°C ou d'un alliage : Co 40 %, Ni, 14,5 %, Al 7,5 %, Cu 3 %, Ti 8 %, le complément à 100 étant du fer et dont le point de fusion est de 1380°C.

Dans ce cas, la lame (5) peut être fabriquée en étain (point de fusion 232°C) ou en plomb (point de fusion 327,3°C).

Ensuite on enclenche le réchauffeur 7. Dans ce cas, au fur et à mesure que la température monte, il y a entrée en fusion superficielle de l'extrémité supérieure de l'amorce (8) (figure 2), formation d'un bain de fusion 10 à partir de l'ébauche (9) d'alliage et, pour le compte de la conductibilité, il y a également réchauffage de l'extrémité inférieure de l'amorce (8), ce qui provoque l'entrée en fusion de la lame (5) (figure 1) qui a un mauvais contact thermique avec la surface du réfrigérant (4) en raison de la présence des saillies 6.

Le métal fondu de la lame (5) s'écoule au fond de l'évidement (3) et, du fait de l'amélioration du contact avec le réfrigérant (4) et de l'accroissement des déperditions de chaleur, cristallise en formant une couche intercalaire solide 11 (figure 2) qui réunit de manière fiable le conteneur (1) à la surface du réfrigérant (4) et qui garantit des échanges de chaleur efficaces entre le conteneur (1) avec l'amorce (8) et le réfrigérant (4). L'accroissement des échanges de chaleur permet d'atteindre des valeurs élevées (200°C/cm) du gradient de température sans augmenter la puissance du réchauffeur (7).

Dans la suite, la croissance du monocristal est réalisée par une procédure connue. Les valeurs susindiquées du gradient de température contribuent à former des monocristaux d'une haute qualité.

.../..

REVENDICATIONS

1. Dispositif pour la croissance de monocristaux à partir d'alliages à constituants multiples comportant d'une part, un conteneur destiné à abriter une amorce et l'alliage à cristalliser, ce conteneur étant installé de manière que sa face terminale ouverte soit disposée à la surface du réfrigérant, et d'autre part, un réchauffeur disposé coaxialement par rapport au conteneur, caractérisé en ce que, à la surface du réfrigérant, est ménagé un évidement de cotes substantiellement égales à celles de la face terminale du conteneur, et en ce que le conteneur est disposé dans cet évidement, alors qu'entre la face terminale du conteneur et le fond de l'évidement est disposée une lame en matière d'une conductibilité calorifique plus élevée et d'un point de fusion inférieur à celui de l'alliage à cristalliser.

2. Dispositif suivant la revendication 1, caractérisé en ce qu'au fond de l'évidement sont pratiqués des saillies dont la hauteur est inférieure à l'épaisseur de la lame.

2487863

Pl. unique

